

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-283598

(43) 公開日 平成8年(1996)10月29日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 B 67/50			C 0 9 B 67/50	Z
C 0 7 D 487/22		9271-4C	C 0 7 D 487/22	
G 0 3 G 5/06	3 7 1		G 0 3 G 5/06	3 7 1

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平7-93561

(22) 出願日 平成7年(1995)4月19日

(71) 出願人 000002886

大日本インキ化学工業株式会社
東京都板橋区坂下3丁目35番58号

(72) 発明者 原田 寛

埼玉県上尾市緑丘4-12-8-309

(74) 代理人 弁理士 高橋 勝利

(54) 【発明の名称】 臭化インジウムフタロシアニン及び電子写真感光体

(57) 【要約】

【構成】 X線回折図において、ブラッグ角 ($2\theta \pm 0.2$ 度) が、 9.1 度、 9.7 度、 16.5 度、 27.2 度に回折ピークを有する臭化インジウムフタロシアニン及び導電性支持体上に該化合物を含有する光導電層を設けてなる電子写真感光体。

【効果】 本発明の臭化インジウムフタロシアニンは、光導電性材料として、感度が高く、繰り返し使用時の電気特性安定性に優れた電子写真感光体を提供するための材料として極めて有用である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 X線回折図において、ブラッグ角 ($2\theta \pm 0.2^\circ$) が、 9.1° 、 9.7° 、 16.5° 及び 27.2° に回折ピークを有する臭化インジウムフタロシアニン。

【請求項2】 導電性支持体上に、X線回折図においてブラッグ角 ($2\theta \pm 0.2^\circ$) が、 9.1° 、 9.7° 、 16.5° 及び 27.2° に回折ピークを有する臭化インジウムフタロシアニンを含有する光導電層を設けたことを特徴とする電子写真感光体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、新規な結晶型を有し、光導電性材料として有用な臭化インジウムフタロシアニン及び光導電層に該化合物を含有する電子写真感光体に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 近年、半導体レーザーを光源とする電子写真式のプリンタ、複写機の開発が盛んである。これらに搭載される電子写真感光体として、半導体レーザーの発振領域である 800nm 前後の光に対して吸収効率が高いフタロシアニン顔料を光導電層に用いたものが知られている。

【0003】 これらの電子写真感光体に用いられるフタロシアニン顔料は、その製法、処理法等によって異なる結晶型を有し、その結晶型により感度をはじめとする電子写真特性が異なることが知られている。

【0004】 フタロシアニン顔料の中でも、インジウムフタロシアニンは、半導体レーザーの発振波長領域である 800nm 前後の光に対して、電子写真特性上の高感度を示すことから多くの研究がなされている。

【0005】 特開昭59-155851号公報には、近赤外線領域で高感度な顔料として β 相のインジウムフタロシアニンが開示されている。しかしながら、この公報に開示されているインジウムフタロシアニン顔料は高い暗時電位保持率と高感度を得るためには、昇華により顔料を精製することが好ましく、その生産性が低いという問題点がある。また、特開昭59-174847号公報には、導電性支持体上に、臭化インジウムフタロシアニンの蒸着膜をテトラヒドロフランの蒸気に曝露し、電子スペクトルの吸収極大ピークを半導体レーザー発振波長領域である 800nm 前後にシフトさせた膜から成る電荷発生層及び電荷輸送層を順次積層して成る機能分離型の電子写真感光体が開示されている。しかしながら、この公報に開示された技術は、臭化インジウムフタロシアニンを蒸着した後、溶媒蒸気に曝して電荷発生層を形成するものであるが、蒸着法は塗布方式に比べ、設備投資額が大きく、しかも量産性に劣るために安価に大量することはできないという問題点がある。

【0006】 このような問題点を解決するために、特開

昭61-124951号公報には、 $\text{CuK}\alpha$ のX線回折スペクトルにおいてブラッグ角 ($2\theta \pm 0.2^\circ$) が、 6.0° 、 12.4° 、 25.4° 及び 27.8° に回折ピークを有する臭素化インジウムフタロシアニンを含有する光導電層を導電性支持体上に設けて成る電子写真感光体が開示され、特開昭63-27562号公報には、 $\text{CuK}\alpha$ のX線回折スペクトルにおいてブラッグ角 ($2\theta \pm 0.2^\circ$) が、 7.4° 、 16.7° 、 25.3° 、 27.5° 及び 28.4° に回折ピークを有する臭素化インジウムフタロシアニンを含有する光導電層を導電性支持体上に設けて成る電子写真感光体が開示され、特開平5-98179号公報には、 $\text{CuK}\alpha$ のX線回折スペクトルにおいてブラッグ角 ($2\theta \pm 0.2^\circ$) が、 7.0° 、 9.4° 、 14.0° 、 15.4° 、 18.0° 、 19.4° 、 23.8° 、 26.1° 、 27.9° 及び 30.2° に回折ピークを有する臭素化インジウムフタロシアニンを含有する光導電層を導電性支持体上に設けて成る電子写真感光体が開示され、特開平5-98180号公報には、 $\text{CuK}\alpha$ のX線回折スペクトルにおいてブラッグ角 ($2\theta \pm 0.2^\circ$) が、 6.7° 、 7.4° 、 13.5° 、 14.9° 、 15.9° 、 24.8° 及び 26.2° に回折ピークを有する臭素化インジウムフタロシアニンを含有する光導電層を導電性支持体上に設けて成る電子写真感光体が開示されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、これらの技術によっても、半導体レーザー発振領域で高い感度と、繰り返し使用時の安定性については、未だ十分に満足できるものではなく、更なる開発が望まれている。

【0008】 本発明が解決しようとする課題は、電子写真感光体の光導電層中に使用することによって、半導体レーザー発振領域で高い感度と、繰り返し使用時の安定性を有する新規な結晶型の臭化インジウムフタロシアニンを提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、上記課題を解決するために、鋭意検討を行なった結果、本発明を完成するに至った。

【0010】 即ち、本発明は上記課題を解決するために、X線回折図において、ブラッグ角 ($2\theta \pm 0.2^\circ$) が、 9.1° 、 9.7° 、 16.5° 、 27.2° に回折ピークを有する臭化インジウムフタロシアニンを提供する。

【0011】 また、本発明は上記課題を解決するために、導電性支持体上に、X線回折図においてブラッグ角 ($2\theta \pm 0.2^\circ$) が、 9.1° 、 9.7° 、 16.5° 、 27.2° に回折ピークを有する臭化インジウムフタロシアニンを含有する光導電層を設けたことを特徴とする電子写真感光体を提供する。

【0012】以下、本発明を詳細に説明する。

【0013】本発明のX線回折図におけるブラッグ角 ($2\theta \pm 0.2$ 度) は、Cu-K α 線 (波長 1.541 Å) に対するものである。

【0014】本発明の臭化インジウムフタロシアニンは、三臭化インジウムと 1,3-ジイミノイソインドリンとを 1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノンを含む溶剤中で加熱反応させることによって製造することができる。三臭化インジウムと 1,3-ジイミノイソインドリンとのモル比は、1:2 から 1:6 のモル比が望ましく、特に 1:4 のモル比が好ましい。反応時に溶媒として用いる 1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノンは、1,3-ジイミノイソインドリン 1 重量部に対して 1 重量部以上、好ましくは 3 重量部以上、経済的な面から 3 から 5 重量部の範囲で用いることが好ましい。

【0015】臭化インジウムフタロシアニンの合成時には、溶剤として、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン以外の溶剤を併用することも可能である。このような溶剤としては、例えば、キノリン、トリ-n-ブチルアミン、N-メチルピロリドン、N,N-ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、テトラリン、 α -クロロナフタレン等の従来から、フタロシアニン類の合成に用いられてる公知のものを用いることができる。

【0016】反応時の温度及び時間については任意に設定できるが、反応温度を必要以上に高くすること及び反応時間を長くすることは、反応系内の化学種の分解によって反応生成物の特性が低下する危険性があるので、反応温度は 80℃ から 300℃ の範囲が好ましく、反応時間は 10 分から 30 時間の範囲が好ましい。

【0017】本発明の電子写真感光体は、導電性支持体上に、X線回折図においてブラッグ角 ($2\theta \pm 0.2$ 度) が、9.1 度、9.7 度、16.5 度、27.2 度に回折ピークを有する臭化インジウムフタロシアニンを含有する光導電層を設けてなるが、その構成は、種々の構造を採ることができる。その例を図 1 から図 3 に示した。

【0018】図 1 及び図 2 の電子写真感光体は導電性支持体 1 の上に電荷発生材料を主体とする電荷発生層 2 と、電荷輸送材料と電荷輸送層形成上必要に応じて結着剤樹脂からなる電荷輸送層 3 とから成る光導電層 4 a 又は 4 b をそれぞれ設けたものである。図 3 の電子写真感光体は導電性支持体 1 の上に電荷発生材料 5 を電荷移動媒体 6 の中に分散せしめた光導電層 4 c を設けたものである。

【0019】図 1 及び図 2 の電子写真感光体の場合には、電荷発生層 2 に含まれる電荷発生材料が電荷を発生し、一方、電荷輸送層 3 は電荷の注入を受け、その輸送を行なう。すなわち、光減衰に必要な電荷の生成が電荷発生材料で行なわれ、また、電荷の輸送が電荷輸送媒体で行なわれる。図 3 の電子写真感光体では電荷発生材料

が光に対して電荷を発生し、電荷移動媒体により電荷の移動が行なわれる。

【0020】図 1 の電子写真感光体は電荷発生材料の微粒子を必要に応じて結着剤樹脂を溶解した溶媒中に分散して得た分散液を塗布、乾燥し、その上に電荷輸送材料を単独、あるいは必要に応じて結着剤樹脂を併用し溶解した溶液を塗布、乾燥することによって製造することができる。

【0021】図 2 の電子写真感光体は電荷輸送材料を単独、あるいは必要に応じて結着剤樹脂を併用し溶解した溶液を導電性支持体上に塗布、乾燥し、その上に電荷発生材料の微粒子を溶剤又は結着剤樹脂溶液中に分散して得た分散液を塗布、乾燥することにより製造することができる。

【0022】図 3 の電子写真感光体は電荷輸送材料を単独、あるいは必要に応じて結着剤樹脂を併用し溶解した溶液に電荷発生材料の微粒子を分散させて、これを導電性支持体上に塗布、乾燥することによって製造することができる。

【0023】光導電層の厚さは、図 1 及び図 2 の電子写真感光体の場合には、電荷発生層の厚さは 5 μ m 以下、好ましくは 0.01 ~ 2 μ m であり、電荷輸送層の厚さは 3 ~ 50 μ m、好ましくは 5 ~ 30 μ m である。図 3 の電子写真感光体の場合には、光導電層の厚さは、3 ~ 50 μ m、好ましくは 5 ~ 30 μ m である。

【0024】図 1 及び図 2 の電子写真感光体における電荷輸送層中の電荷輸送材料の割合は、5 ~ 100 重量% の範囲で適時選ぶことができ、好ましくは 40 ~ 80 重量% の範囲で選ぶことができる。図 1 及び図 2 の電子写真感光体の電荷発生層中の電荷発生材料の割合は、5 ~ 100 重量% の範囲で適時選ぶことができ、好ましくは 40 ~ 80 重量% の範囲で選ぶことができる。図 3 の電子写真感光体において、光導電層中の電荷輸送材料の割合は、5 ~ 99 重量% の範囲で適時選ぶことができ、また電荷発生材料の割合は、1 ~ 50 重量%、好ましくは 3 ~ 20 重量% である。なお、図 1 ~ 図 3 のいずれの電子写真感光体の作製においても、結着剤樹脂と共に可塑剤、増感剤を用いることができる。

【0025】本発明の電子写真感光体に用いられる導電性支持体としては、例えば、アルミニウム、銅、亜鉛、ステンレス、クロム、チタン、ニッケル、モリブデン、バナジウム、インジウム、金、白金等の金属又は合金、あるいは、導電性ポリマー、酸化インジウム等の導電性化合物；アルミニウム、パラジウム、金等の金属又は合金を塗布、蒸着、あるいはラミネートした紙、プラスチックフィルム、セラミックス等が挙げられ、必要に応じて導電性支持体表面は化学的又は物理的な処理を施してもよい。

【0026】本発明の電子写真感光体の形状は、用いる支持体によって異なるが、ドラム状、平板状、シート

状、ベルト状等多種の形状が可能である。

【0027】本発明の電子写真感光体において、電荷発生材料として、X線回折図においてブラッグ角 ($2\theta \pm 0.2^\circ$) が、 9.1° 、 9.7° 、 16.5° 、 27.2° に回折ピークを有する本発明の臭化インジウムフタロシアニンと共に、必要に応じて公知の電荷発生材料を併用することもできる。

【0028】本発明の臭化インジウムフタロシアニンと併用することができる電荷発生材料としては、例えば、モノアゾ顔料、ジスアゾ顔料、トリスアゾ顔料等のアゾ顔料類；各種金属フタロシアニン、無金属フタロシアニン、ナフタロシアニン等のフタロシアニン顔料類；ペリノン顔料、ペリレン顔料、アントラキノン顔料、キナクリドン顔料等の縮合多環顔料類；スクエアリウム色素類；アズレニウム色素類；チアピリリウム色素類；シアニン色素類等を挙げることができる。併用して使用される電荷発生材料は、ここに記載したものに限定されるものではなく、その使用に際しては、本発明の臭化インジウムフタロシアニンの他に単独、あるいは2種類以上を混合して用いることができる。

【0029】本発明の電子写真感光体に用いる電荷輸送材料は、低分子化合物と高分子化合物に大きく分類することができる。

【0030】低分子化合物の電荷輸送材料としては、例えば、ピレン；N-エチルカルバゾール、N-イソプロピルカルバゾール、N-フェニルカルバゾール等のカルバゾール類；N-メチル-N-フェニルヒドラジノ-3-メチリデン-9-エチルカルバゾール、N、N-ジフェニルヒドラジノ-3-メチリデン-9-エチルカルバゾール、p-(N、N-ジメチルアミノ)ベンズアルデヒドジフェニルヒドラゾン、p-(N、N-ジエチルアミノ)ベンズアルデヒドジフェニルヒドラゾン、p-(N、N-ジフェニルアミノ)ベンズアルデヒドジフェニルヒドラゾン、1-[4-(N、N-ジフェニルアミノ)ベンジリデンイミノ]-2,3-ジメチルインドリン、N-エチルカルバゾール-3-メチリデン-N-アミノインドリン、N-エチルカルバゾール-3-メチリデン-N-アミノテトラヒドロキノリン等のヒドラゾン類；2,5-ビス(p-ジエチルアミノフェニル)-1,3,4-オキサジアゾール等のオキサジアゾール類；1-フェニル-3-(p-ジエチルアミノスチリル)-5-(p-ジエチルアミノフェニル)ピラゾリン、1-[キノリル(2)]-3-(p-ジエチルアミノフェニル)ピラゾリン等のピラゾリン類；トリ-p-トリルアミン、N、N'-ジフェニル-N、N'-ビス(3-メチルフェニル)-1,1'-ビフェニル-4,4'-ジアミン等のアリールアミン類；1,1-ビス(p-ジエチルアミノフェニル)-4,4'-ジフェニル-1,3-ブタジエン等のブタジエン類；4-(2,2-ジフェニルエチニル)-N、N-ジフェニルベンゼ

ンアミン、4-(1,2,2-トリフェニルエチニル)-N、N-ジフェニルベンゼンアミン等のスチリル類等が挙げられる。

【0031】また、高分子化合物の電荷輸送材料としては、例えば、ポリ-N-ビニルカルバゾール、ハロゲン化ポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリビニルピレン、ポリビニルアンスラセン、ポリビニルアクリジン、ポリ-9-ビニルフェニルアンスラセン、ピレン-ホルムアミド樹脂、エチルカルバゾール-ホルムアルデヒド樹脂、トリフェニルメタンポリマー、ポリフェニルアルキルシラン等が挙げられる。

【0032】電荷輸送材料は、ここに記載したものに限定されるものではなく、その使用に際しては単独、あるいは2種類以上を混合して用いることができる。

【0033】必要に応じて使用することができる結着剤樹脂は、疎水性で、電気絶縁性のフィルム形成可能な高分子化合物を用いるのが好ましい。このような高分子重合体としては、例えば、ポリカーボネート、ポリエステル、メタクリル樹脂、アクリル樹脂、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリスチレン、ポリビニルアセテート、ポリビニルブチラール、スチレン-ブタジエン共重合体、塩化ビニル-酢酸ビニル-無水マレイン酸共重合体、シリコン樹脂、シリコン-アルキッド樹脂、フェノール-ホルムアルデヒド樹脂、スチレン-アルキッド樹脂、ポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリビニルフォルマル、ポリスルホン等が挙げられる。

【0034】結着剤樹脂はここに記載したものに限定されるものではなく、その使用に際しては単独あるいは2種以上の混合物として用いることもできる。

【0035】また、電子写真感光体の成膜性、可撓性、機械的強度を向上するために、これらの結着剤樹脂と共に、周知の可塑剤、表面改質剤等の添加剤を使用することもできる。

【0036】可塑剤としては、例えば、ビフェニル、塩化ビフェニル、o-ターフェニル、p-ターフェニル、ジブチルフタレート、ジエチルグリコールフタレート、ジオクチルフタレート、トリフェニル燐酸、メチルナフタレン、ベンゾフェノン、塩素化パラフィン、ポリプロピレン、ポリスチレン、各種のフルオロ炭化水素等が挙げられる。

【0037】表面改質剤としては、例えば、シリコンオイル、フッ素樹脂等が挙げられる。

【0038】前記光導電層に必要なに応じて用いられる増感剤としては、いずれも周知のものが使用できる。

【0039】増感剤としては、例えば、クロラニル、テトラシアノエチレン、メチルバイオレット、ローダミンB、シアニン染料、メロシアニン染料、ピリリウム染料、チアピリリウム染料等が挙げられる。

【0040】また、本発明の電子写真感光体においては、保存性、耐久性、耐環境依存性を向上させるため

に、光導電層中に酸化防止剤や光安定剤等の劣化防止剤を含有させることもできる。その例としては、フェノール化合物、ハイドロキノン化合物、アミン化合物等を挙げる事ができる。

【0041】更に、本発明においては、導電性支持体と光導電層との接着性を向上させたり、導電性支持体から光導電層への自由電荷の注入を阻止するため、導電性支持体と光導電層との間に、必要に応じて接着層あるいはバリアー層を設けることもできる。

【0042】これらの層に用いられる材料としては、前記結着剤樹脂に用いられる高分子化合物のほか、カゼイン、ゼラチン、エチルセルロース、ニトロセルロース、カルボキシメチルセルロース、塩化ビニリデン系ポリマーラテックス、スチレン-ブタジエン系ポリマーラテックス、ポリビニルアルコール、ポリアミド、ポリウレタン、フェノール樹脂、酸化アルミニウム、酸化スズ、酸化チタン等が挙げられ、その膜厚は5 μ m以下が望ましい。

【0043】積層型電子写真感光体を塗工によって形成する場合、結着剤樹脂を溶解する溶剤は、結着剤樹脂の種類によって異なるが、下層を溶解しないものの中から選択することが望ましい。具体的な有機溶剤の例としては、例えば、メタノール、エタノール、n-プロパノール等のアルコール類；アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン類；N、N-ジメチルホルムアミド、N、N-ジメチルアセトアミド等のアミド類；テトラヒドロフラン、ジオキサン、メチルセロソルブ等のエーテル類；酢酸メチル、酢酸エチル等のエステル類；ジメチルスルホキシド、スルホラン等のスルホキシド及びスルホン類；ジクロロメタン、クロロホルム、四塩化炭素、トリクロロエタン等の脂肪族ハロゲン化炭化水素；ベンゼン、トルエン、キシレン、モノクロルベンゼン、ジクロルベンゼン等の芳香族類等が挙げられる。

【0044】塗工法としては、例えば、浸漬コーティング法、スプレーコーティング法、スピンナーコーティング法、ビードコーティング法、ワイヤーバーコーティング法、ブレードコーティング法、ローラーコーティング法、カーテンコーティング法等のコーティング法が挙げられるが、より均一な塗膜厚を得るためには、浸漬コーティング法を用いることが望ましい。

【0045】本発明の臭化インジウムフタロシアニン は、半導体レーザー発振領域で高い感度と、繰り返し使用時の安定性に優れ、この化合物を光導電層に含有する電子写真感光体は以上のような構成であって、以下に述べる実施例からも明かなように、電子写真感光体の高感度と繰り返し使用時の電気特性安定性に優れたものである。

【0046】

【実施例】以下、実施例により本発明を具体的に説明す

るが、これにより本発明が実施例に限定されるものではない。尚、実施例中、「部」は『重量部』を表わす。

【0047】<実施例1> [臭化インジウムフタロシアニンの製造]

反応装置に、1, 3-ジイミノイソインドリン25、2部、三臭化インジウム15、3部、1, 3-ジメチル-2-イミダゾリジノン150部をとり、窒素雰囲気下で攪拌しながら200℃まで昇温した後、同温度で6時間反応させた。反応混合物を100℃まで冷却した後、熟時ろ過し、粗製の反応生成物を回収した。得られた粗製の反応生成物をメタノール100部に加え、室温で30分攪拌し、ろ過した。このメタノールによる洗浄操作を2回行い、次いでアセトン100部を用いて同様の洗浄操作を2回行い、50℃で真空乾燥させた後、臭化インジウムフタロシアニン10、8重量部を得た。

【0048】得られた臭化インジウムフタロシアニンを、理学電機社製X線回折装置RAD-Bシステムにて測定した粉末X線回折図を図4に示し、日本分光工業社製赤外分光光度計IR-810にて測定した赤外吸収スペクトル(KBr錠剤法)を図5に示した。

【0049】<実施例2> 実施例1で得た臭化インジウムフタロシアニンを、メノウ製ボールを含む遊星型ミルを用いて10時間乾式粉碎を行った。乾式粉碎した臭化インジウムフタロシアニンの微粉末の理学電機社製X線回折装置RAD-Bシステムにて測定した粉末X線回折図を図6に示した。

【0050】<実施例3> 実施例2で得た臭化インジウムフタロシアニン2部及びブチラール樹脂(商品名「エスレックBH-3」積水化学工業(株)製)1部を、ジクロロメタン52部及び1, 1, 2-トリクロロエタン78部から成る混合溶媒に添加し、ペイントシェーカーを用いて分散、混合して電荷発生材料分散液を得た。アルミニウムを蒸着したポリエステルフィルム上に、乾燥後の膜厚が0.1 μ mの膜厚となるようにこの分散液を塗布した後、乾燥させて電荷発生層を形成した。

【0051】次に、1-[4-(N, N-ジフェニルアミノ)ベンジリデンイミノ]-2, 3-ジメチルインドリン10部及びポリカーボネート樹脂(商品名「ユーピロンZ200」三菱瓦斯化学社製)10部を、1, 1, 2-トリクロロエタン36部及びジクロロメタン54部から成る混合溶媒に溶解して得た塗料を、上記電荷発生層上に乾燥後の膜厚が20 μ mとなるように塗布した後、乾燥させて電荷輸送層を形成することによって、図1に示した層構成から成る光導電層を有する電子写真感光体を得た。

【0052】この電子写真感光体について、静電複写紙試験装置(商品名「SP428」川口電機製作所社製)を用いて、電子写真感光体を暗所で-6KVのコロナ放電により帯電し、この時の電子写真感光体の表面電位V(V)を測定した。次に、そのまま暗所で10秒間放

置したときの電子写真感光体の表面電位 V_{10} (V) を測定した。 V_0 と V_{10} より電子写真感光体の表面電位の電位保持率 (%: $(V_{10}/V_0) \times 100$) を算出した。更に、表面電位 V_{10} に対して波長780nm、露光エネルギー $1 \mu W/cm^2$ の光で露光を行ない、表面電位が V_{10} の半になるまでの時間より半減露光量 $E_{1/2}$ ($\mu J/cm^2$) を求めた。更にまた、露光開始15秒後の表面電位、すなわち残留電位 V_R (V) を測定した。

【0053】この表面電位の暗減衰及び光減衰の測定結果を表1に示した。また、帯電、暗所放置1秒間、露光1秒間、白色光による除電0.1秒間のプロセスを500回繰り返した直後の測定結果も同様に表1に示した。

【0054】<実施例4>実施例3で形成した電荷発生層の上に、実施例3の1-[4-(N,N-ジフェニルアミノ)ベンジリデンイミノ]-2,3-ジメチルインドリンの代わりに、N,N'-ジフェニル-N,N'-ビス(3-メチルフェニル)-1,1'-ビフェニル-4,4'-ジアミンを用いた以外は、実施例3と同様にして、図1に示した層構成から成る光導電層を有する電子写真感光体を得た。

【0055】この電子写真感光体について、実施例3と同様にして電子写真特性を測定し、その結果を表1に示した。

【0056】<比較例1>特開昭63-27562号公*

*報に開示されている製造例に従って臭化インジウムフタロシアニンを得た。即ち、攪拌機及びコンデンサーを備えた三口降らす個に、ジミノイソインドリン87g、無水三臭化インジウム57g及び1-メチル-2-ピロリジノン700mlを加えた後、窒素気流下に還流温度まで加熱し、同温度で5時間反応させた。窒素気流下に、反応混合物を熱時濾過した後、室温まで冷却した。残渣を分離し、エタノール350mlで0.5時間スラリー化し、この操作を再度行ない、同様の操作をエタノールに代えて、蒸留水350mlで2回、アセトンで2回行なった後、真空炉中で110℃、24時間乾燥させて、帯青紫色の結晶性の臭化インジウムフタロシアニン33gを得た。

【0057】このようにして得た臭化インジウムフタロシアニンを、理学電機社製X線回折装置RAD-Bシステムにて測定した粉末X線回折図を図7に示した。

【0058】<比較例2>実施例3において、臭化インジウムフタロシアニンの代わりに比較例1の臭化インジウムフタロシアニンを用いた他は、実施例3と同様にして電子写真感光体を作製し、実施例3と同様な方法で電子写真感光体の評価を行った。その結果を表1に示した。

【0059】

【表1】

		実施例3	実施例4	比較例2
初期	V_0 (-V)	629	648	541
	電位保持率 (%)	89	90	55
	V_1 (-V)	2	1	15
	$E_{1/2}$ ($\mu J/cm^2$)	0.89	0.73	2.81
5百回後	V_0 (-V)	631	609	373
	電位保持率 (%)	86	88	44
	V_1 (-V)	2	2	20
	$E_{1/2}$ ($\mu J/cm^2$)	0.89	0.71	2.68

【0060】表1から明かなように、実施例3において使用した電子写真感光体は、コロナ帯電時の表面電位が高く、また、その表面電位の保持率が良好で、しかも半減露光量が小さい感度の良好なものであった。また、500回繰り返し運転後においても、良好な表面電位、表面電位保持率及び感度を有しており、更には、露光後の残留電位が小さいものであった。

【0061】

【発明の効果】本発明の臭化インジウムフタロシアニンは、光導電性材料として、感度が高く、繰り返し使用時の電気特性安定性に優れた電子写真感光体を提供するための材料として極めて有用である。

【図面の簡単な説明】

50 【図1】本発明の電子写真感光体を取り得る層構成の一

例を示す模式断面図である。

【図 2】本発明の電子写真感光体が取り得る層構成の一例を示す模式断面図である。

【図 3】本発明の電子写真感光体が取り得る層構成の一例を示す模式断面図である。

【図 4】実施例 1 で得た臭化インジウムフタロシアニンの X 線回折図である。

【図 5】実施例 1 で得た臭化インジウムフタロシアニンの赤外吸収スペクトル図である。

【図 6】実施例 2 で得た臭化インジウムフタロシアニンの X 線回折図である。

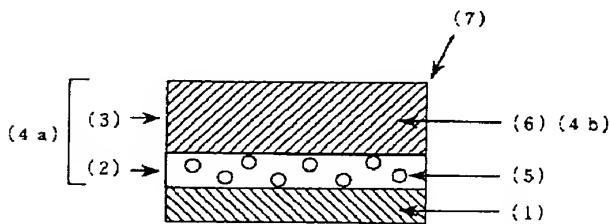
【図 7】比較例 1 で得た臭化インジウムフタロシアニンの X 線回折図である。

の X 線回折図である。

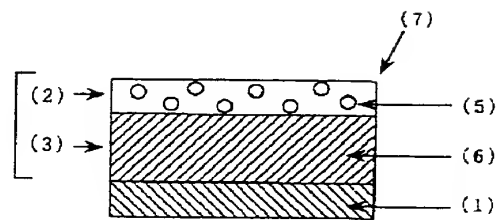
【符号の説明】

- 1 導電性支持体
- 2 電荷発生層
- 3 電荷輸送層
- 4 a 光導電層
- 4 b 光導電層
- 4 c 光導電層
- 5 電荷発生材料
- 6 電荷移動媒体
- 7 電子写真感光体

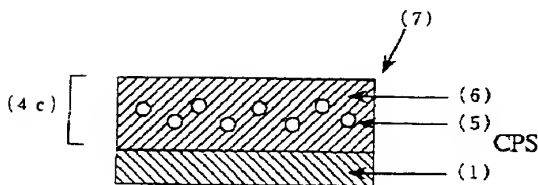
【図 1】



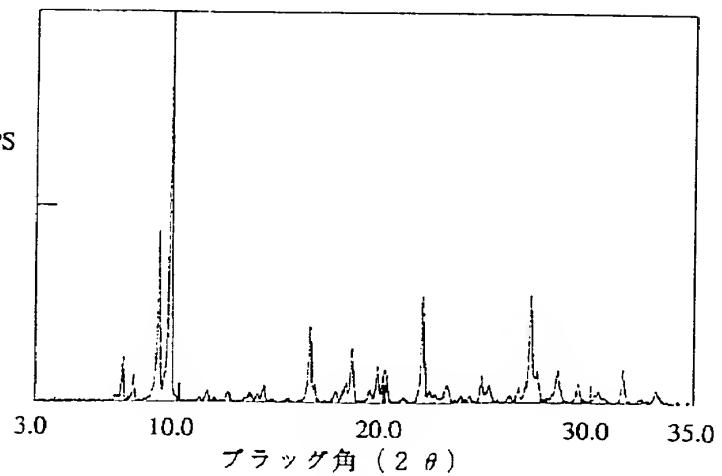
【図 2】



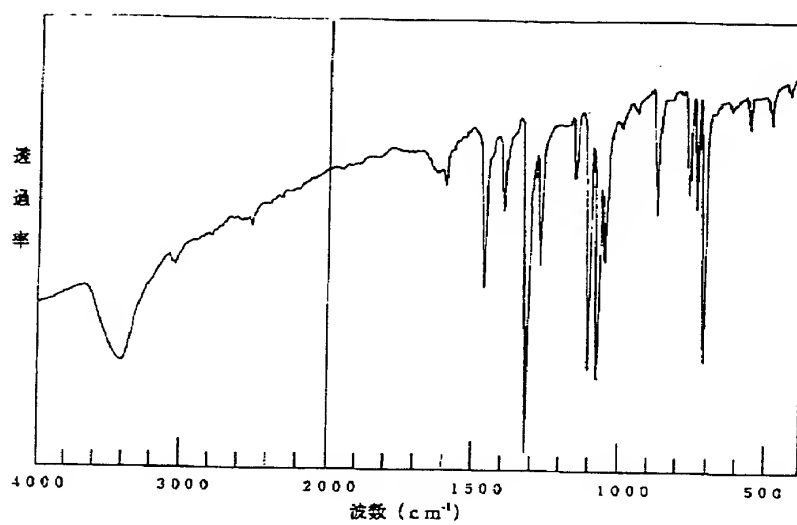
【図 3】



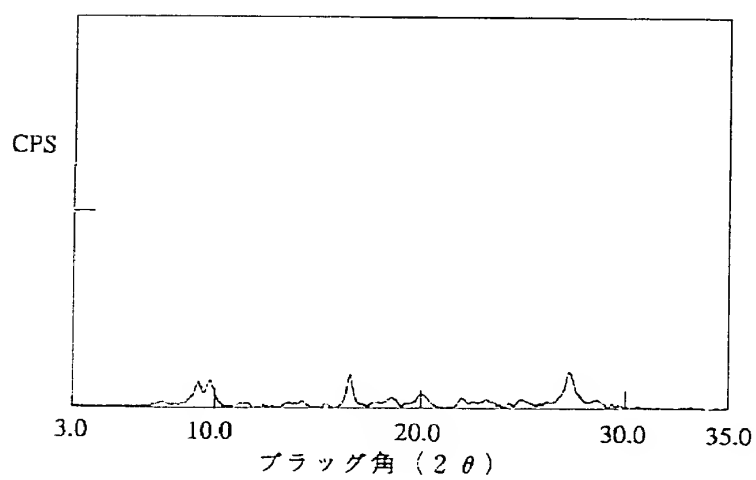
【図 4】



【図5】



【図6】



【図7】

